

ATTORNEY DOCKET NO.: 70914



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant : LEONHARDT et al.  
Serial No :  
Confirm No :  
Filed :  
For : ION MOBILITY SPECTROMETER...  
Art Unit :  
Examiner :  
Dated : June 24, 2003

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

PRIORITY DOCUMENT

In connection with the above-identified patent application, Applicant herewith submits a certified copy of the corresponding basic application filed in

Germany


Number: 102 28 912.3-52

Filed: 24/June/2002

the right of priority of which is claimed.

Respectfully submitted  
for Applicant(s),

By:

  
John James McGlew  
Reg. No.: 31,903  
McGLEW AND TUTTLE, P.C.

JJM:tf

Enclosure: - Priority Document  
70914.5

10/602812



06/24/03

DATED: June 24, 2003  
SCARBOROUGH STATION  
SCARBOROUGH, NEW YORK 10510-0827  
(914) 941-5600

NOTE: IF THERE IS ANY FEE DUE AT THIS TIME, PLEASE CHARGE IT TO OUR  
DEPOSIT ACCOUNT NO. 13-0410 AND ADVISE.

I HEREBY CERTIFY THAT THIS CORRESPONDENCE IS BEING DEPOSITED WITH  
THE UNITED STATES POSTAL SERVICE AS EXPRESS MAIL, REGISTRATION NO.  
EV323629101US IN AN ENVELOPE ADDRESSED TO: COMMISSIONER FOR  
PATENTS, P.O. BOX 1450, ALEXANDRIA, VA 22313-1450, ON June 24, 2003

McGLEW AND TUTTLE, P.C., SCARBOROUGH STATION,  
SCARBOROUGH, NEW YORK 10510-0827

By: \_\_\_\_\_

Date: June 24, 2003

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 102 28 912.3

**Anmeldetag:** 24. Juni 2002

**Anmelder/Inhaber:** Dräger Safety AG & Co KGaA, Lübeck/DE

Erstanmelder: I.U.T. Institut für Umwelttechnologien  
GmbH, Berlin/DE;  
Professor Jürgen L e o n h a r d t, Berlin/DE

**Bezeichnung:** Ionenmobilitätsspektrometer mit GC-Säule und  
internem regeltem Gaskreislauf

**IPC:** G 01 N 30/64

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 02. April 2003  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**

Im Auftrag

Faust

### **Ionenmobilitätsspektrometer mit GC-Säule und internem regeltem Gaskreislauf**

Die Erfindung betrifft ein Ionenmobilitätsspektrometer mit GC-Säule (GC-IMS) und internem regeltem Gaskreislauf, das in der Spurengasanalyse eingesetzt werden kann.

Aus der DE-OS 198 56 784 ist bereits ein Gasanalysator mit internem Gaskreislauf bekannt. Dabei ist in einem Gaskreislauf eines konzentrationsabhängigen Gasdetektors zusätzlich ein Kreislauffilter für Wasserdampf und höhermolekulare Gasinhaltsstoffe, eine Kreislaufpumpe, eine Dosiereinrichtung für den Analysengaseinlaß sowie eine gaschromatographische Trennsäule zu einem geschlossenen Kreislaufsystem angeordnet. Hierbei wird Luft des internen Gaskreislaufs unter Nutzung der Trennsäule geeigneten geringen Vordruckes als Trägergas genutzt, um Komponenten gleicher Mobilitäten aber unterschiedlicher Retentionszeiten zu unterscheiden und Querempfindlichkeiten zu unterdrücken. Es kann auf die Zuführung eines externen Trägergases verzichtet werden.

Viele Meßprobleme in der industriellen Praxis erfordern aber definierte Analysenzeiten im Einklang mit technologischen Forderungen wie Meßrhythmus, Meßgenauigkeit und Meßempfindlichkeit.

Um eine unabhängige Steuerung aller dieser Faktoren bei der Realisierung eines mit geschlossenem Gaskreislauf arbeitenden Analysensystems zu ermöglichen, wird der aus der IMS-Zelle austretende Analysengasstrom  $q_2$  über eine zusätzliche Pumpe 6 und ein zusätzliches Filter 5 geleitet. Anschließend wird der Analysengasstrom  $q_2$  in einem Splitter 4 in zwei Teilströme  $q_2(1)$  und  $q_2(2)$  geteilt.

Der größere Teilstrom  $q_2(2)$  wird in einem Kreislauf zurück vor die Pumpe 6 geführt; der Teilstrom  $q_2(1)$  wird über die Probenschleife 2 auf die GC-Säule 8 und danach auf den Probeneinlaß 9A der IMS-Zelle 9 geleitet. Dadurch wird sichergestellt, daß der Vordruck vor der GC-Säule 8 über die Pumpleistung der Pumpe 6 empfindlich eingestellt und variiert werden kann. Störende Pumpstöße werden dabei durch den Filter 5 eliminiert. Die Splittung des Gasstromes wird vorgenommen, weil die GC-Säule 8 grundsätzlich nur sehr kleine Gasflüsse zu verarbeiten in der Lage ist, eine empfindlichen Regelung über die Pumpenleistung aber nur bei relativ großen Flüssen möglich ist.

Gleichzeitig sichert die zusätzliche Regelmöglichkeit für den Vordruck der Säule die Rückwirkungsfreiheit und Unabhängigkeit einer Variation des Analysengasstromes auf das geschlossene Driftgassystem, das durch den Kreislauf Pumpe 11, Filter 10, Driftgaseinlaß 9D der IMS-Zelle 9, Driftgasauslaß 9C der IMS-Zelle gebildet wird. Die Parameter in diesem Kreislauf lassen sich ebenfalls unabhängig von Rückwirkungen auf den Analysengaskreislauf über die Leistung der Pumpe 11 variieren, wobei im Driftgaskreislauf zusätzlich Sensoren für Druck 12 und Temperatur 13 angeordnet sind, deren Daten für eine Regelung der Kreislaufparameter und eine rechnerische Kompensation der Meßwerte der IMS-Detektion herangezogen werden.

Insbesondere lassen sich durch diese Anordnung folgende Parameter und Eigenschaften unabhängig voneinander variieren:

Trärgasgeschwindigkeit in der GC-Säule : Zeitverhalten der Anordnung	
Flußrate des Analysengases,	
das in die IMS-Zelle eintritt :	Empfindlichkeit
Flußrate des Driftgases:	Genauigkeit, Auflösungsvermögen

Nachfolgend soll die Erfindung näher beschrieben werden.

Die Fig. 1 zeigt ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einem innerhalb der IMS-Zelle angeordneten Gassplitter.

Im stand-by-mode wird der Probengasstrom  $q_3$  vom Einlaß 1 über eine Probenschleife (2A nach 2C) im MV-Block 2 und die Pumpe 3 zum Auslaß 14 befördert. Eine Probenahme findet nicht statt. Das Gerät arbeitet im Kreislauf und reinigt sich selbst.

Innerhalb des MV-Blockes 2 besteht parallel zur Verbindung 2A - 2C eine Verbindung 2B - 2D.

Für die Probenahme und den Start eines Meßzyklus wird der MV-Block 2 kurzzeitig umgeschaltet. Das sich in der Probeschleife zwischen 2A und 2C befindliche Probenvolumen befindet sich in diesem Umschaltmoment zwischen 2D und 2B und wird im Kreislauf im Trärgasstrom  $q_2(1)$  weitertransportiert zur GC-Säule 8, wo eine gaschromatographische Vortrennung der Probeninhaltsstoffe nach ihren unterschiedlichen Retentionszeiten erfolgt.

Nach dem Einspülen der Probe in das Kreislaufsystem erfolgt sofort eine Zurücksetzung des MV-Blockes 2 auf die Verbindungskonfiguration 2A - 2C und 2B - 2D.

Das vorgetrennte Probenvolumen wird zum Probeneingang 9 A der IMS-Zelle 9 weitertransportiert. Dort erfolgt die Ionenmobilitätsspektrometrische Analyse der Probeninhaltsstoffe. Über den Probengasauslaß 9B der IMS-Zelle 9, Verzweigung 7, Pumpe 6, Filter 5 und Analysengassplitter 4 schließt sich der Analysenkreislauf q2. Im Analysengassplitter 4 wird er in die beiden Bestandteile Trägergasstrom q2(1) zum MV-Block 2 und Umwegstrom q2(2) zurück zur Verzweigung 7 geteilt. Der Analysengaskreislauf q2 läßt sich über die Leistung der Pumpe 6 regeln. Gleichzeitig realisiert der Umwegstrom die notwendige Pumpenlast für die Pumpe 6, die nur durch den Trägergasstrom q2(1) allein nicht gewährleistet wäre.

Der Grundkreislauf mit dem Kreislaufgasstrom q1 wird gebildet durch Pumpe 11, Kreislauffilter 10, Einlaß 9D und Gasauslaß 9C der IMS-Zelle 9. Er wird durch die Pumpleistung der Pumpe 11 anhand der Parameter aus den im Kreislauf angeordneten Sensoren Drucksensor 12 und Temperatursensor 13 rückwirkungsfrei auf den Analysenkreislauf q2 geregelt.

Intern erfolgt die Auftrennung des Kreislaufgases q1 in einem Zellensplitter 14A in den Driftgasstrom q1(1) und den Analysengasstrom q1(2), der gleich dem Analysengasstrom q2 ist.

Durch diese Anordnung wird sichergestellt, daß sich die Flüsse sowohl im Kreislaufgasstrom q1 als auch im Analysenkreislaufstrom q2 weitestgehend unabhängig voneinander variieren lassen.

Gemäß Fig. 2 kann die Auftrennung des Kreislaufgasstromes in den Driftgasstrom und den Analysengasstrom auch in einem extern angeordneten Splitter 14 erfolgen.

In Fig. 3 ist im Analysengasstrom q2 ein weiterer Splitter 16 angeordnet, der Teile des Analysengases als Make-up-Gasstrom q2(3) abzweigt und über einen weiteren Splitter 15 dem Trägergasstrom q2(1) zur Probenverdünnung zumischt.

## Patentansprüche

1. Ionenmobilitätsspektrometer mit GC-Säule und internem geregelter Gaskreislauf, dadurch gekennzeichnet, daß ein Analysengasstrom ( $q_2$ ) von einem Probengasauslaß (9B) der IMS Zelle (9) über eine Verzweigung (7), eine Pumpe (6), einen Analysenkreislauffilter (5) in einem Splitter (4) in zwei Teilströme ( $q_2(1)$ ) und ( $q_2(2)$ ) geteilt wird, wobei der kleinere Teilstrom ( $q_2(1)$ ) über eine umschaltbare Probeschleifenvorrichtung (2) zur Weiterleitung bzw. Probennahme und anschließend über eine GC-Säule (8) zu einem Probengaseinlaß (9A) der IMS-Zelle (9) geleitet wird, daß der größere Analysengasteilstrom ( $q_2(2)$ ) vom Splitter (4) zurück zur Verzweigung (7) geleitet wird, daß in einem weiteren Gaskreislauf ( $q_1$ ) eine Pumpe (11), einen Kreislauffilter (10), ein weiterer Gaseinlaß (9D) der IMS-Zelle (9), ein weiterer Gasauslaß (9C) zurück zur Pumpe (11) sowie ein Drucksensor (12) und ein Temperatursensor (13) angeordnet sind und daß der Kreislaufgasstrom ( $q_1$ ) intern in der IMS-Zelle (9) in einem Splitter (14A) in den Driftgasstrom  $q_1(1)$  und den internen Analysengasstrom  $q_1(2)$  aufgeteilt wird.
2. Ionenmobilitätsspektrometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kreislaufstrom  $q_1$  über einen außerhalb der IMS-Zelle (9) angeordneten Splitter 14 in den Driftgasstrom  $q_1(1)$ , der die Zelle über den Einlaß (9D) geleitet wird, und den Analysengasstrom  $q_1(2)$ , der zur Verzweigung (7) geleitet wird, geteilt wird.
3. Ionenmobilitätsspektrometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß durch einen Splitter (16) im Analysengasstrom  $q_2$  ein Teilstrom  $q_2(3)$  als Make-up-Gasstrom über einen Splitter (15) dem Trägergasstrom  $q_2(1)$  zugeleitet wird, der der Probenverdünnung dient.

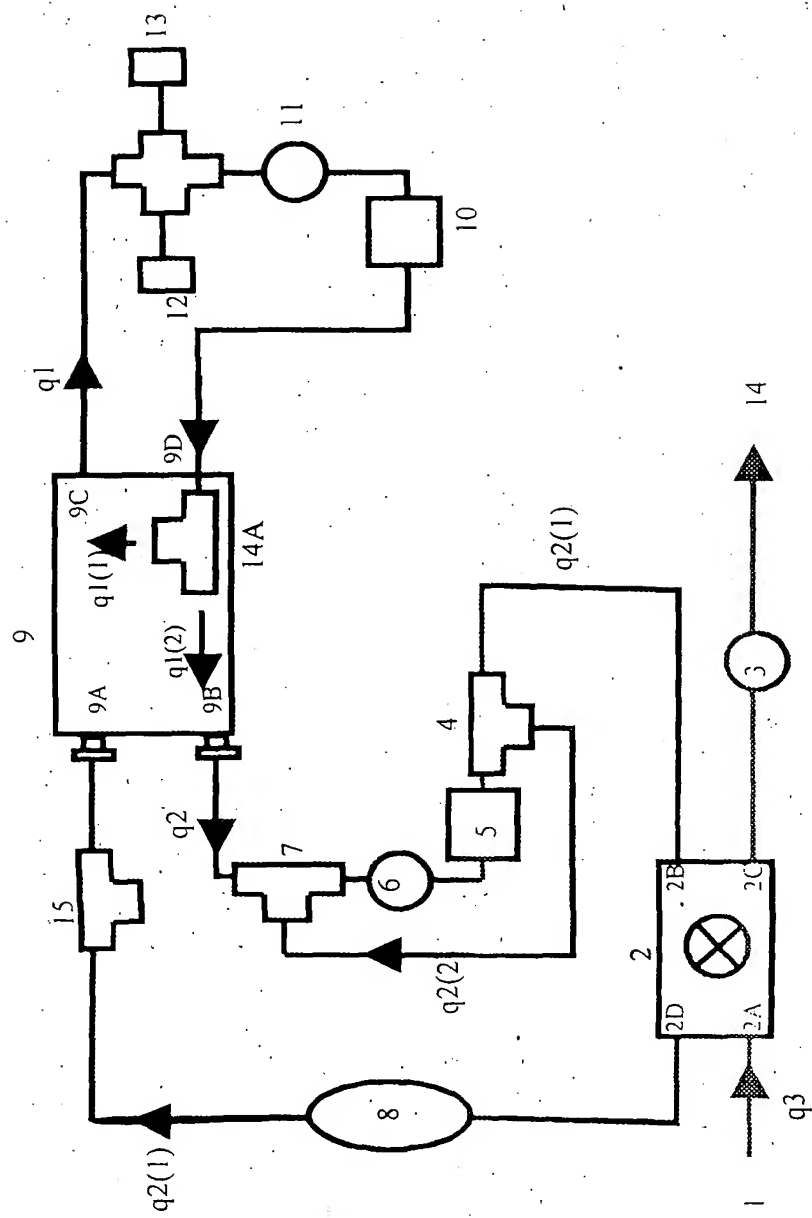


Fig. 1

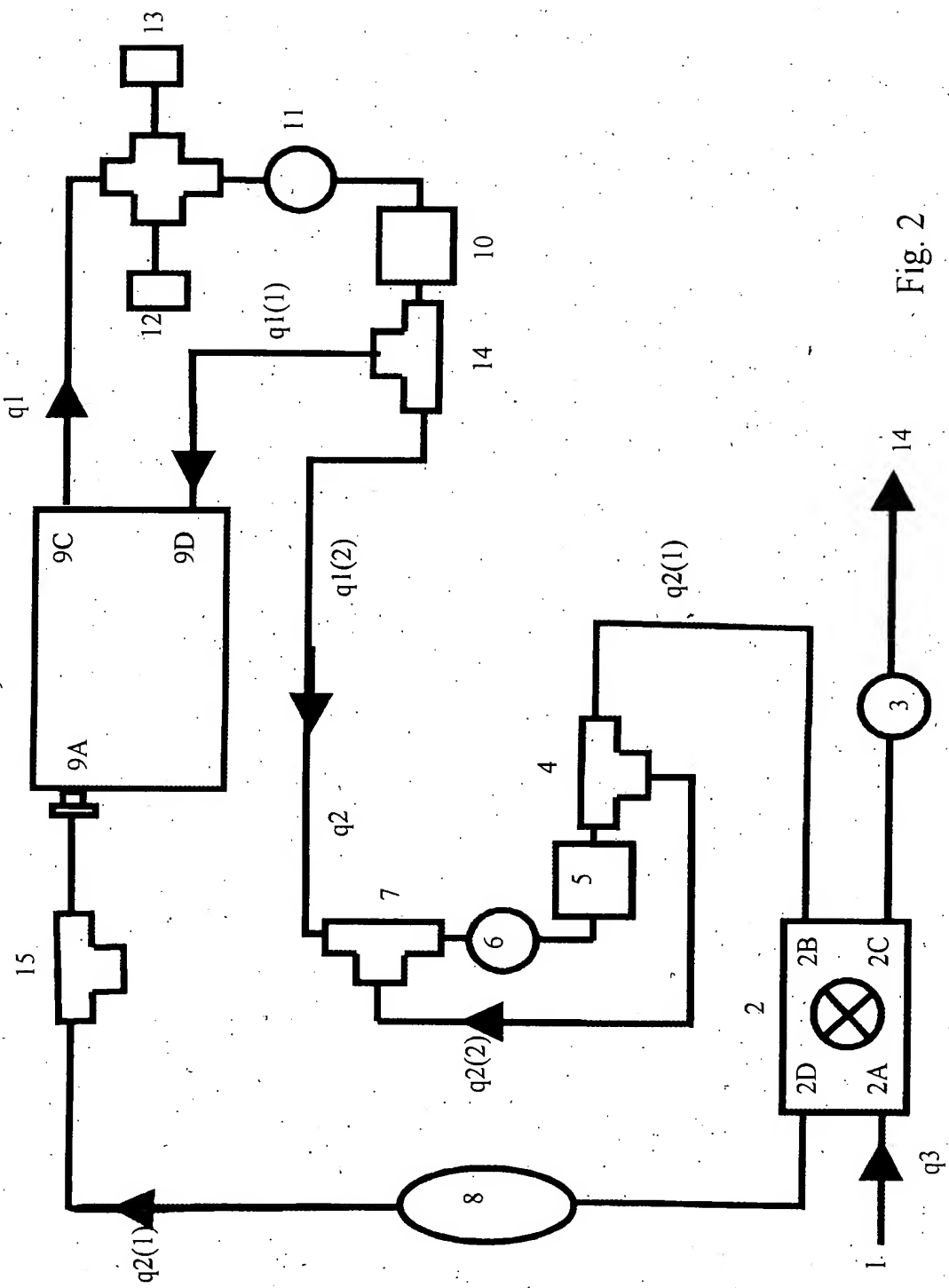


Fig. 2

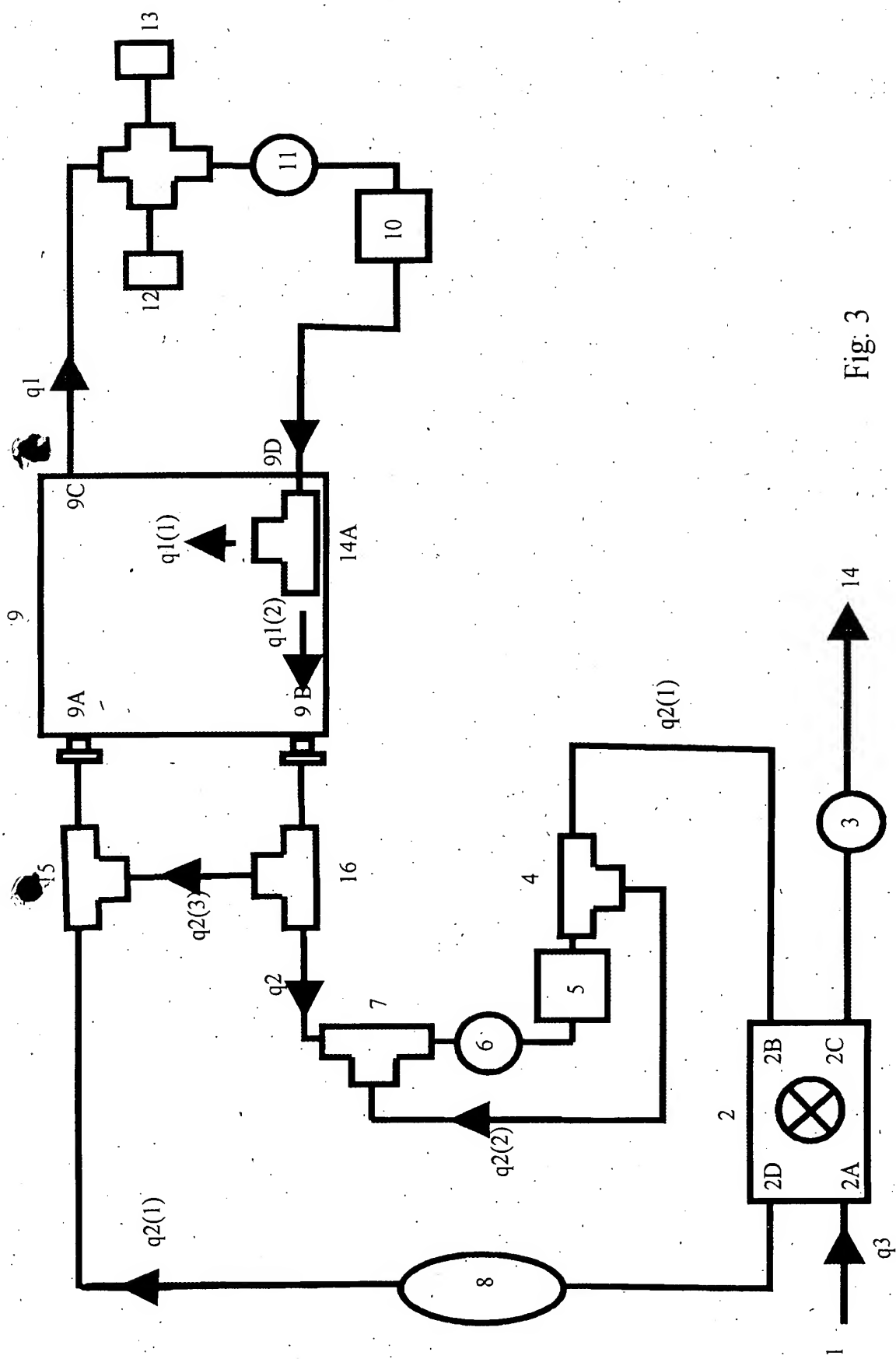


Fig. 3

## **Zusammenfassung**

### **Ionenmobilitätsspektrometer mit GC-Säule und internem geregelterm Kreislauf**

Die Erfindung betrifft ein Ionenmobilitätsspektrometer mit GC-Säule und internem Kreislaufsystem, das in der Spurengasanalyse eingesetzt werden kann.

Durch die spezielle Gestaltung des Gaskreislaufs lassen sich die Parameter Trägergasgeschwindigkeit in der GC-Säule, Flußrate des Analysengases und Flußrate des Driftgases weitgehend unabhängig und rückwirkungsfrei variieren. Dazu sind im Kreislaufsystem zusätzliche Pumpen und Gassplitter angeordnet.

Fig. 1

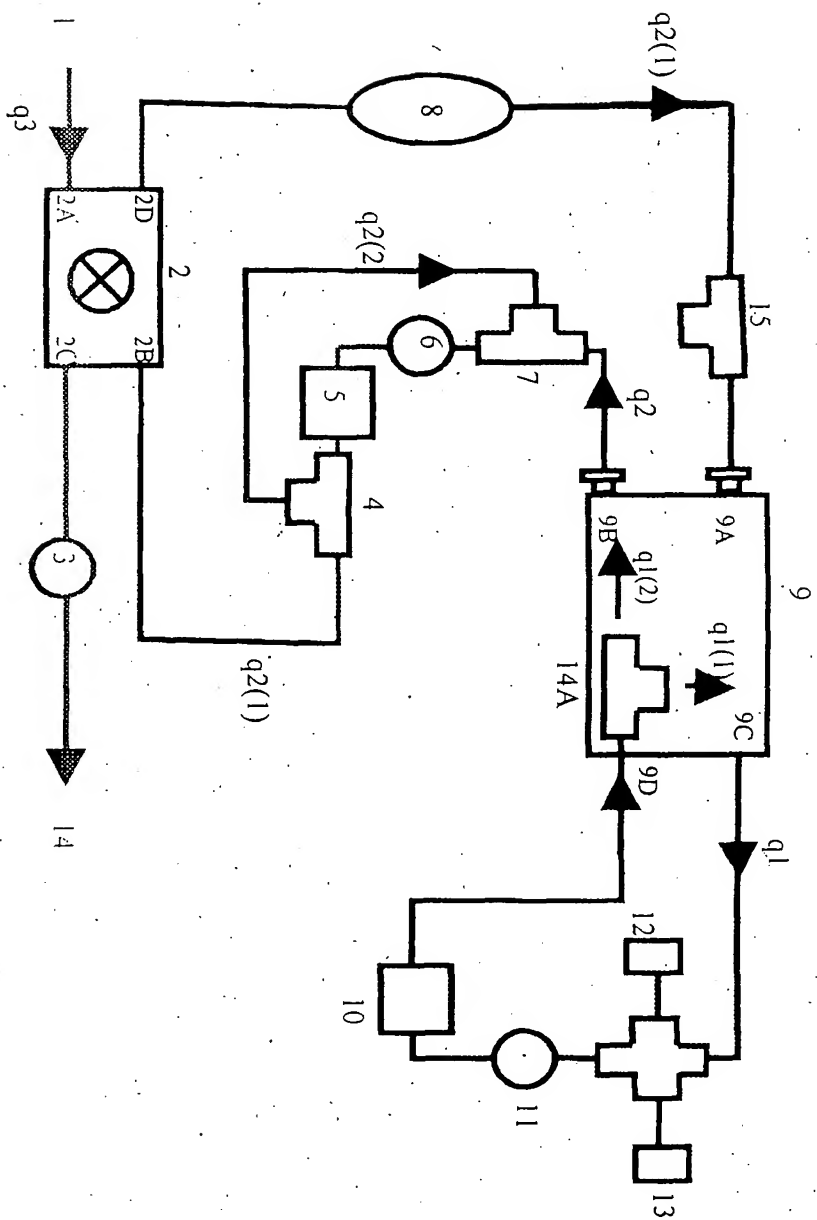


Fig. 1